

Studi Pelarutan Seng Ftalosianin dalam Campuran Dimetilformamida dan Aseton, serta Deposisinya Menjadi Lapis Tipis

SKRIPSI

oleh:
DWI VIVI KARTINI
145090200111013



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2018**

**Studi Pelarutan Seng Ftalosianin dalam Campuran
Dimetilformamida dan Aseton, serta
Deposisinya Menjadi Lapis Tipis**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
dalam bidang Kimia

oleh:

DWI VIVI KARTINI

145090200111013



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2018**











Studi Pelarutan Seng Ftalosianin dalam Campuran Dimetilformamida dan Aseton, serta Deposisinya Menjadi Lapis Tipis

ABSTRAK

Seng ftalosianin (ZnPc) dalam bentuk lapis tipisnya dapat digunakan sebagai sensor ozon. Namun, senyawa tersebut memiliki kelarutan yang rendah pada hampir semua pelarut. Dalam penelitian ini digunakan campuran pelarut dimetilformamida (DMF) dan aseton dengan variasi komposisi volume pelarut DMF:aseton, yaitu 10:0; 8:2; 6:4; 5:5; 4:6; 2:8; dan 0:10 mL. ZnPc dilarutkan kedalam masing-masing variasi pelarut dengan metode sonikasi dan refluks selama 45 menit. Selanjutnya hasil larutan dianalisis menggunakan spektrometer UV-Vis dan gravimetri. Hasil analisis secara spektrometri menunjukkan bahwa komposisi pelarut 8:2 mL memiliki nilai absorbansi paling tinggi. Sehingga secara kualitatif dapat diketahui bahwa komposisi pelarut tersebut mampu melarutkan ZnPc paling banyak diantara komposisi yang lain. Hasil analisis gravimetri menunjukkan bahwa pada komposisi tersebut didapatkan kelarutan ZnPc paling tinggi, yaitu 1,5 mg/mL pada pelarutan metode sonikasi dan 2,8 mg/mL pada pelarutan metode refluks. ZnPc dalam komposisi pelarut optimum digunakan untuk membuat lapis tipis menggunakan metode penetasan dan pencelupan. Deposisi metode pencelupan menghasilkan morfologi permukaan yang lebih merata dibandingkan dengan metode penetasan ketika diamati menggunakan mikroskop optik. Karakterisasi lapis tipis menggunakan SEM digunakan untuk melihat bentuk dan ukuran kristal ZnPc. Kristal hasil pelarutan metode sonikasi memiliki ukuran yang lebih besar dan pipih dibandingkan dengan kristal hasil pelarutan metode refluks. Lapis tipis hasil metode pencelupan diuji ketahanannya menggunakan ultrasonikasi.

Kata kunci: ozon, ZnPc, dimetilformamida, aseton



The Study on the Solvation of Zinc Phthalocyanine in Mixtures of Dimethylformamide and Acetone, and its Deposition into Thin Layer

ABSTRACT

Zinc phthalocyanine (ZnPc) in the form of thin layer can be used as ozone sensor. However, this compound has a low solubility in almost all solvents. In this study, mixtures of dimethylformamide (DMF) and acetone used as a solvent with variations of volume composition DMF:acetone, are 10:0; 8:2; 6:4; 5:5; 4:6; 2:8; dan 0:10 mL. ZnPc is dissolved into each variations with sonication and reflux method for 45 minutes. The resulting solutions are analyzed using UV-Vis spectrometer and gravimetry. The spectrometric analysis show that the solvent composition of 8:2 mL give the highest absorbance. It can be noted qualitatively that the optimum composition above is most capable for dissolving ZnPc among the others. The highest ZnPc solubility is determined using gravimetry method, that is 1.5 mg/mL for the solution which is prepared by sonication and 2.8 mg/mL for the solution which is prepared by reflux. ZnPc in the optimum solvent composition is used for preparing thin layer using drop casting and dip coating method. Dip coating deposition method gives a more uniform surface morphology than drop casting method when observed using optical microscope. Characterization of thin layers using SEM is used to analyzed the shape and size of ZnPc crystals. The crystal from the sonication method are bigger and more flat than the crystal from reflux method. Thin layer from dip coating method examine using ultrasonication bath.

Key words: *ozone, ZnPc, dimethylformamide, acetone*



KATA PENGANTAR

Assalamualaikum Wr. Wb.

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga dapat terselesaikannya pengerjaan dan penyusunan skripsi dengan judul **“Studi Pelarutan Seng Ftalosianin dalam Campuran Dimetilformamida dan Aseton, serta Deposisinya menjadi Lapis Tipis”**. Skripsi ini merupakan penelitian tugas akhir sebagai salah satu syarat diperolehnya gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Selama penelitian dan penulisan skripsi, penulis selalu mendapatkan bimbingan, bantuan, semangat, serta do'a dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Dr.rer.nat. Rachmat Triandi T., S.Si., M.Si. selaku dosen pembimbing I dan Darjito, S.Si., M.Si. selaku dosen pembimbing II atas segala ilmu, bimbingan, semangat, masukan, dan waktu yang telah diberikan selama persiapan, pengerjaan, hingga penulisan laporan akhir skripsi.
2. Dr. Warsito, MS selaku dosen penasehat akademik yang telah memberikan semangat dan masukan selama masa studi hingga tahun akademik terakhir penulis.
3. Masruri S.Si., M.Si., Ph.D. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya, staf pengajar, dan seluruh karyawan Jurusan Kimia atas segala bantuan yang diberikan.
4. Bapak Aprial Jastirbah selaku pranata laboratorium kimia anorganik Jurusan Kimia yang telah banyak membantu dan menghibur selama proses penelitian di laboratorium.
5. Kedua orang tua, Ayah Sulimin dan Ibu Siti Julaikah, serta kakak penulis, Eka Sulis Yuniarti, S.Pd yang selalu memberikan dukungan, motivasi, perhatian, dan do'a kepada penulis di sepanjang usianya.
6. Teman-teman satu bimbingan dan seperjuangan di laboratorium anorganik yang bekerja bersama dalam menyelesaikan penelitian tugas akhir.
7. Sahabat-sahabat penulis (Devi, Khusnul, Fatin, Andri, dan Yuni), serta mahasiswa jurusan kimia angkatan 2014 yang telah



8. banyak membantu, menghibur, mendo'akan, dan berbagi pengalaman serta cerita.
9. Seluruh pihak dan instansi yang membantu terselesaikannya penelitian dan penyusunan skripsi.

Penulis menyadari bahwa dalam naskah skripsi ini masih terdapat kekurangan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari pembaca. Semoga naskah skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Malang, 26 Juni 2018

Penulis





DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI	ii
LEMBAR PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 ZnPc	4
2.2 N,N-Dimetilformamida (DMF)	5
2.3 Aseton	6
2.4 Pelarutan	6
2.5 Pembuatan Lapis Tipis	6
2.6 Analisis secara Gravimetri	7
2.7 Analisis secara Spektrometri UV-Vis	7
2.8 Karakterisasi Morfologi Permukaan Lapis Tipis menggunakan Instrumen Mikroskop Optik dan <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	8
BAB III METODE PENELITIAN	11
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	11
3.2 Alat dan Bahan	11
3.3 Tahapan Penelitian	11
3.4 Prosedur Kerja	12
3.4.1 Preparasi Pelarut	12
3.4.2 Preparasi Variasi Komposisi Pelarut	12
3.4.3 Uji Kelarutan ZnPc menggunakan Metode Sonikasi	12



3.4.4	Uji Kelarutan ZnPc menggunakan Metode Refluks	13
3.4.5	Pembuatan Lapis Tipis ZnPc dari Larutan dengan Komposisi yang Paling Baik dengan Metode Penetasan dan Pencelupan	13
3.4.6	Karakterisasi Lapis Tipis ZnPc	14
3.4.7	Uji Ketahanan Lapis Tipis	14
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	15
4.1	Preparasi Pelarut	15
4.2	Uji Kelarutan ZnPc menggunakan Metode Sonikasi	15
4.3	Uji Kelarutan ZnPc menggunakan Metode Refluks	19
4.4	Pembuatan Lapis Tipis menggunakan Metode Penetasan dan Pencelupan	23
4.5	Uji Ketahanan Lapis Tipis	27
BAB V	KESIMPULAN DAN SARAN	28
5.1	Kesimpulan	28
5.2	Saran	28
DAFTAR PUSTAKA		29
LAMPIRAN		34





DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1:	Struktur seng ftalosianin	4
Gambar 2.2:	Struktur N,N-dimetilformamida	5
Gambar 2.3:	Struktur aseton	6
Gambar 2.4:	Spektra UV-Vis ZnPc dalam pelarut DMF	8
Gambar 2.5:	Morologi permukaan lapis tipis ZnPc pada substrat (a) kaca dan (b) polistiren menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 100 kali	9
Gambar 2.6:	Morfologi permukaan lapis tipis ZnPc pada substrat (a) kaca dan (b) polistiren menggunakan SEM dengan perbesaran 1800 Kali	10
Gambar 4.1:	Larutan ZnPc hasil pelarutan metode sonikasi	16
Gambar 4.2:	Grafik konsentrasi ZnPc dalam variasi komposisi pelarut menggunakan metode sonikasi	17
Gambar 4.3:	Spektra UV-Vis larutan ZnPc dalam variasi komposisi pelarut metode sonikasi	18
Gambar 4.4:	Absorbansi maksimum larutan ZnPc dalam variasi komposisi pelarut metode sonikasi	19
Gambar 4.5:	Larutan ZnPc hasil pelarutan metode refluks	20
Gambar 4.6:	Grafik konsentrasi ZnPc dalam variasi komposisi pelarut menggunakan metode refluks	21
Gambar 4.7:	Spektra UV-Vis ZnPc dalam variasi komposisi pelarut menggunakan metode refluks	22
Gambar 4.8:	Absorbansi maksimum setiap variasi komposisi pelarut metode refluks	22
Gambar 4.9:	Lapis tipis hasil deposisi metode penetasan menggunakan sumber deposisi larutan k2 metode sonikasi (kiri) dan refluks (kanan)	23



Gambar 4.10:	Morfologi permukaan lapis tipis metode penetasan yang diamati menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 200 kali metode sonikasi (kiri) dan refluks (kanan)	24
Gambar 4.11:	Lapis tipis hasil deposisi metode pencelupan menggunakan sumber deposisi larutan k2 metode sonikasi (kiri) dan refluks (kanan)	24
Gambar 4.12:	Morfologi permukaan lapis tipis yang diamati menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 200 kali (a) sonikasi (b) refluks dan perbesaran 400 kali (c) sonikasi (d) refluks	25
Gambar 4.13:	Ukuran kristal ZnPc pada lapis tipis yang diamati menggunakan SEM (1) pelarutan metode sonikasi dan (2) pelarutan metode refluks	26
Gambar 4.14:	Morfologi permukaan lapis tipis sebelum uji ketahanan yang diamati dengan mikroskop optik dengan perbesaran 200 kali (a) sonikasi (b) refluks	27
Gambar 4.15:	Morfologi permukaan lapis tipis setelah uji ketahanan yang diamati menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 200 kali (a) sonikasi (b) refluks	27



DAFTAR TABEL

Tabel 3.1:	Volume variasi komposisi pelarut	12
Tabel 4.1:	Massa ZnPc untuk setiap variasi komposisi pelarut metode sonikasi	16
Tabel 4.2:	Massa hasil penimbangan gravimetri larutan ZnPc hasil pelarutan metode sonikasi	17
Tabel 4.3:	Massa ZnPc untuk setiap variasi komposisi pelarut metode refluks	19
Tabel 4.4:	Massa hasil penimbangan gravimetri larutan ZnPc hasil pelarutan metode refluks	21





DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A		
Lampiran A.1	Diagram Alir Penelitian	34
Lampiran B	Perhitungan Pengubahan Massa ZnPc yang Terlarut menjadi Konsentrasi	
Lampiran B.1	Konsentrasi Larutan ZnPc Hasil Pelarutan Metode Sonikasi	35
Lampiran B.2	Konsentrasi Larutan ZnPc Hasil Pelarutan Metode Refluks	36



BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Polusi udara yang terjadi di dalam ruangan cenderung sulit untuk menyebar karena terhalang oleh batas-batas ruangan. Sedangkan di luar ruangan, polusi akan mudah bercampur dengan udara bebas. Polutan yang umumnya berada di udara dan dihirup oleh manusia sebagian besar berasal dari aktivitas keseharian manusia itu sendiri. Salah satu polutan tersebut adalah ozon [1].

Ozon dapat diemisikan dari berbagai peralatan kantor, misalnya mesin faksimile, printer laser, printer tinta, mesin pemindai, dan mesin fotokopi. Dari kelima peralatan tersebut, printer laser menghasilkan emisi ozon yang paling tinggi, yaitu mencapai 10 ppm [2]. World Health Organization (WHO) menyarankan batas ambang paparan ozon rata-rata adalah 100 ppb perhari maksimum dalam 8 jam [3]. Adanya paparan ozon dapat menyebabkan iritasi mata, hidung, tenggorokan, dan paru-paru [2]. Oleh karena itu, diperlukan suatu sensor yang dapat mendeteksi adanya ozon di lingkungan.

Logam ftalosianin (MPc) merupakan senyawa organik yang memiliki stabilitas termal dan kimia yang tinggi, tidak toksik, serta memiliki sifat sebagai semikonduktor [4]. Pemanfaatan MPc telah dikembangkan sebagai fotosensitizer, fotokatalis, dan prototipe detektor ozon [5–7]. Lapis tipis seng ftalosianin (ZnPc) dan modifikasinya, seng sulfoftalosianin (ZnPcSn), yang dideposisi pada substrat papan sirkuit cetak dapat digunakan sebagai sensor ozon. Pori-pori yang terbentuk pada lapis tipis berinteraksi dengan ozon dan menyebabkan nilai resistansi lapisan yang semakin menurun. Penurunan nilai tersebut mengindikasikan bahwa lapis tipis memiliki kemampuan sebagai detektor ozon [7, 8].

ZnPc memiliki kelarutan yang rendah pada hampir semua pelarut. Namun N,N-dimetilformamida (DMF) dan dimetilsulfoksida (DMSO) telah diteliti dapat melarutkan ZnPc dalam konsentrasi 0,9 dan 0,2 mmol/L atau setara dengan 6,57 dan 1,56 mg dalam 100 mL pelarut [5]. ZnPc diketahui memiliki kelarutan dalam pelarut aseton dan DMF yaitu sekitar 3,67 dan 5 mg dalam 100 mL pelarut [9].

Salah satu cara untuk meningkatkan kelarutan ZnPc dapat dilakukan dengan substitusi gugus fungsi, misalnya karboksil, sulfonat, dan polietilenglikol [10]. Metode substitusi gugus fungsi memerlukan tahapan reaksi yang lebih panjang dan membutuhkan bahan tambahan selain pelarut sebagai sumber gugus fungsi yang akan disubstitusikan.

Pengetahuan tentang sintesis nanomaterial, deposisi struktur nano lapis tipis, dan teknik pola-nano merupakan dasar pengembangan nanoteknologi dalam pembuatan sensor dan lapisan yang sensitif. Deposisi lapis tipis merupakan bagian penting dalam pembuatan sensor. Elektroda logam diintegrasikan sebagai bagian dari banyak sensor yang dibuat dari lapis tipis. Deposisi dibuat dengan berbagai macam teknik, yaitu *Physical Vapor Deposition* (PVD), *Chemical Vapor Deposition* (CVD), *casting*, *sol-gel*, dll. *Casting* merupakan metode deposisi yang menggunakan material yang dilarutkan dalam pelarut. Larutan diletakkan pada substrat dengan berbagai cara termasuk: pelapisan dengan pemusingan, penetasan, pencelupan, dan penyemprotan. Pelarut yang terdapat di dalam material deposisi akan diuapkan sehingga pada substrat akan terbentuk lapis tipis dari material tersebut [11]. Pelapisan dengan cara penetasan dan pencelupan merupakan metode deposisi yang mudah untuk dilakukan.

Metode lain yang dapat digunakan untuk deposisi ZnPc adalah metode ablasi laser, termasuk dalam teknik PVD, merupakan metode yang membutuhkan biaya mahal meskipun bahan yang digunakan sedikit. Sehingga metode ini kurang memungkinkan jika digunakan untuk produksi secara massal [12]. Penelitian tentang deposisi lapis tipis ZnPc dengan metode evaporasi menggunakan pelarut DMF menghasilkan lapis tipis dengan luas permukaan yang lebih besar pada substrat kaca dibandingkan dengan substrat polistiren [13].

Berdasarkan studi pustaka yang telah dilakukan, penelitian tentang pelarutan ZnPc dalam komposisi pelarut belum banyak dilakukan. Sehingga dalam penelitian ini akan dipelajari pengaruh variasi komposisi pelarut dan metode pelarutan terhadap kelarutan serta morfologi permukaan lapis tipis ZnPc yang dihasilkan dari sumber deposisi tersebut.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah dipaparkan, terdapat permasalahan yang dirumuskan, yaitu:

1. Belum diketahui komposisi optimum pelarut DMF dan aseton yang dapat meningkatkan kelarutan ZnPc.
2. Belum diketahui metode yang lebih baik antara refluks atau sonikasi dalam melarutkan ZnPc.
3. Belum diketahui apakah kombinasi komposisi pelarut terbaik dan metode pelarutan terbaik akan menghasilkan morfologi permukaan lapis tipis yang baik pula.

1.3 Batasan Masalah

Pembahasan permasalahan yang telah dirumuskan dibatasi dalam hal sebagai berikut:

1. ZnPc tidak dimurnikan sebelum digunakan.
2. Ukuran partikel ZnPc tidak divariasikan.
3. Substrat yang dipakai adalah kaca yang memiliki dua jenis permukaan, yaitu hidrofobik dan hidrofilik hasil penelitian di laboratorium.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini, yaitu:

1. Melakukan uji pengaruh komposisi pelarut DMF dan aseton dalam meningkatkan kelarutan ZnPc.
2. Membandingkan hasil pelarutan ZnPc yang dilakukan dengan cara sonikasi dan refluks.
3. Mengetahui morfologi permukaan lapis tipis ZnPc yang dibentuk dengan metode penetesan dan pencelupan larutan ZnPc dalam campuran pelarut dengan komposisi optimum.

1.5 Manfaat Penelitian

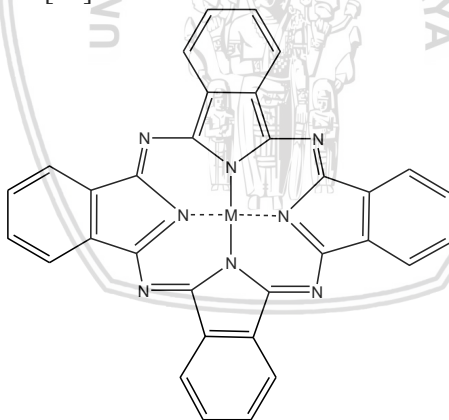
Manfaat dari penelitian ini adalah memperoleh komposisi pelarut DMF dan aseton yang optimum dalam melarutkan ZnPc, mengetahui metode pelarutan yang terbaik diantara sonikasi dan refluks, serta mengetahui morfologi permukaan lapis tipis yang terbentuk. Sehingga hasil penelitian ini dapat digunakan sebagai rujukan bagi penelitian selanjutnya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 ZnPc

Logam ftalosianin (MPc) dapat memiliki berbagai logam pusat, misalnya seng, kobalt, aluminium, maupun galium. Pada MPc terdapat beberapa cincin aromatis yang memungkinkan untuk disubstitusi oleh gugus fungsi seperti pada **Gambar 2.1** [14]. Aplikasi MPc tidak terbatas penerapannya hanya di dalam dunia medis. Kobalt ftalosianin (CoPc) efektif digunakan sebagai sensor ozon dan amonia. Sedangkan modifikasinya, kobalt sulfoftalosianin (s-CoPc), sensitif dan selektif terhadap amonia. Penggunaan CoPc sebagai komponen sensor dideposisi menggunakan metode vakum evaporasi pada integrated elektroda (IDE) yang terbuat dari timah indium oksida [15]. Selain itu, ftalosianin tanpa logam pusat juga dapat digunakan sebagai sensor elektrokimia dalam mendeteksi adanya asam asetat [16].



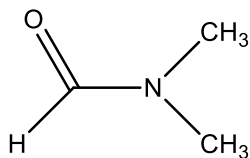
Gambar 2.1: Struktur ftalosianin dengan M adalah logam pusat (Gambar diambil dari literatur [14]).

ZnPc menunjukkan kelarutan yang rendah dalam pelarut organik dan memiliki kecenderungan yang kuat untuk membentuk agregat karena strukturnya yang berupa planar terkonjugasi [17]. Lapis tipis seng sulfoftalosianin (ZnPcSn) dapat digunakan sebagai

prototipe detektor ozon. Lapis tipis ZnPcSn dapat dideposisi pada papan sirkuit cetak menggunakan metode *spin coating*. Pada penelitian tersebut diketahui bahwa resistensi elektrik lapis tipis ZnPcSn akan berkurang seiring dengan adanya paparan ozon. Sehingga ketika jumlah suspensi ZnPcSn bertambah, maka jumlah ozon yang dapat diserap oleh lapis tipis akan lebih banyak [18]. Lapis tipis ZnPcSn dan ZnPc yang dipapar dengan ozon dengan laju alir 363 mL/menit menunjukkan nilai resistansi minimum yang cenderung sama [7, 8]. Semakin rendah nilai resistansi yang dihasilkan, maka tingkat sensitivitas lapis tipis terhadap ozon tersebut semakin tinggi karena adanya interaksi molekul ozon yang semakin besar [7].

2.2 N,N-Dimetilformamida (DMF)

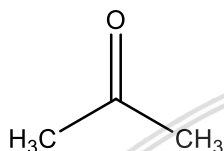
DMF dengan struktur seperti pada **Gambar 2.2** merupakan pelarut organik universal yang memiliki titik didih sebesar 153 °C dan tekanan uap 0,3 kPa pada suhu 20 °C. Senyawa ini larut dalam dietil eter, aseton, benzena, dan kloroform [19, 20]. Pada titik didih normalnya, DMF dapat terdekomposisi menjadi dimetilamina dan karbon monoksida [21]. DMF biasa digunakan sebagai pelarut dalam sintesis bahan kimia, pembuatan serat poliakrilonitril, pelapisan poliuretana, dan industri elektronik [20]. Berdasarkan penelitian [9], DMF diketahui dapat melarutkan ZnPc. Diantara aseton, kloroform, DMF, dan DMSO, pelarut yang paling banyak melarutkan ZnPc adalah DMF dan DMSO, yaitu 5 mg dalam 100 mL pelarut. Sedangkan aseton dan kloroform hanya dapat melarutkan 3,67 dan 4,5 mg dalam 100 mL pelarut [9]. Diantara pelarut DMF, DMSO, tetrahidrofur (THF), dan kloroform, hanya dalam pelarut kloroform ZnPc diketahui membentuk agregat [22].



Gambar 2.2: Struktur N,N-dimetilformamida (Gambar diambil dari literatur [20]).

2.3 Aseton

Aseton merupakan pelarut dengan struktur seperti pada **Gambar 2.3**. Senyawa ini memiliki bau khas yang manis dan seperti buah-buahan pada konsentrasi rendah. Aseton memiliki titik didih sebesar 56,1 °C dan tekanan uap 24 kPa pada suhu 20 °C. Aseton larut dalam air, alkohol, DMF, dan eter [23]. Aseton dapat membantu pembentukan nanopartikel tembaga tetrasulfonat ftalosianin (CuTsPc) dengan diameter 78 nm menggunakan metode laser ablasi [24].



Gambar 2.3: Struktur aseton (Gambar diambil dari literatur [23]).

2.4 Pelarutan

Pembuatan larutan ZnPc dapat dilakukan dengan melarutkan ZnPc ke dalam pelarut kemudian diaduk menggunakan magnet pengaduk selama setengah jam [13]. Terdapat beberapa metode lain yang dapat digunakan untuk melarutkan suatu bahan, misalnya sonikasi dan refluks. Sonikasi merupakan metode yang menggunakan gelombang ultrasonik untuk membantu pelarutan. Gelombang tersebut dapat memisahkan partikel-partikel yang menggumpal dan menghasilkan nanopartikel yang lebih homogen [25].

Refluks merupakan salah satu metode ekstraksi dimana pelarut yang akan mengekstrak senyawa dipanaskan pada suhu titik didihnya selama waktu tertentu. Pelarut yang menguap diembunkan dalam kondensor dan jatuh kembali ke dalam labu tempat mengekstrak senyawa tersebut [26]. Refluks juga dapat digunakan untuk melarutkan suatu senyawa yang menggumpal atau sulit untuk larut.

2.5 Pembuatan Lapis Tipis

Drop casting (pelapisan dengan penetes) adalah metode deposisi yang paling sederhana. Material yang telah dilarutkan ditetaskan ke atas permukaan substrat yang telah dibersihkan.

Kemudian pelarut diuapkan dengan cara dipanaskan. Selanjutnya dilakukan pemanasan pada suhu 450 °C di dalam tanur selama 30 menit. Penganilan merupakan proses pemanasan dimana material dipanaskan pada suhu tinggi dalam jangka waktu tertentu kemudian suhu diturunkan secara perlahan. Metode pelapisan dengan penetasan dapat digunakan untuk material organik dan organometalik yang dapat dengan mudah larut dalam pelarut organik [11, 27]. Pengembangan prototipe sel surya DSSC (*dye sensitized solar cell*) lapisan TiO₂/grafit dapat dibuat dengan metode pelapisan dengan penetasan. Dalam penelitian tersebut hasil deposisi dikarakterisasi menggunakan SEM pada penampang melintangnya dan diketahui lapis tipis memiliki ketebalan 2,5 mm [28].

Dip coating (pelapisan dengan pencelupan) merupakan metode deposisi yang mudah untuk dilakukan. Substrat direndam ke dalam material yang telah dilarutkan yang ditempatkan di dalam suatu wadah. Kemudian dipanaskan agar pelarut menguap dan didapatkan lapisan tipis yang menempel pada substrat. Dalam metode ini dapat diatur waktu perendaman dan kapan substrat akan dikeluarkan dari larutan [11].

2.6 Analisis Secara Gravimetri

Gravimetri merupakan metode analisis untuk menentukan massa atau perubahan massa. Gravimetri adalah metode kuantitatif paling kuno dalam teknik analisis massa. Terdapat dua hal penting didalam analisis secara gravimetri. Pertama, bahan yang akan dianalisis harus mempunyai kelarutan yang rendah, kemurnian yang tinggi, dan komposisi bahan telah diketahui agar massa analit mencerminkan massa yang akurat. Kedua, endapan yang terbentuk harus mudah dipisahkan dari campurannya [29].

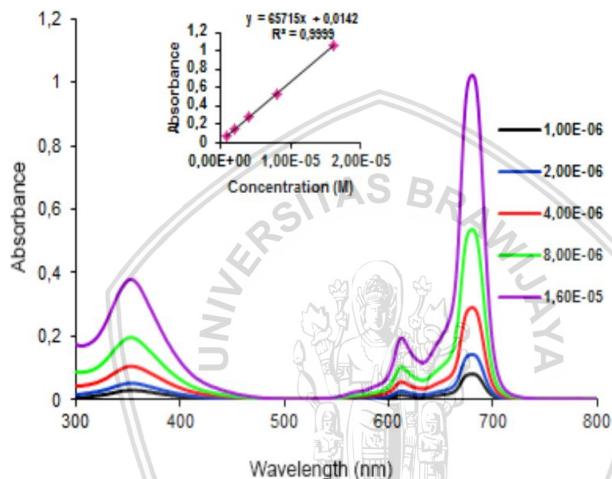
2.7 Analisis Secara Spektrometri UV-Vis

Spektrometer UV-Vis merupakan instrumen spektrometer yang menggunakan sumber radiasi berupa radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang 200-800 nm. Berdasarkan Hukum Lambert-Beer, absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi sesuai dengan persamaan 2.1 [29]:

$$A = \epsilon b C \quad (2.1)$$

dengan A adalah absorbansi sampel, ε adalah absorbtivitas molar dalam satuan $\text{cm}^{-1} \text{M}^{-1}$, b adalah tebal kuvet dalam satuan cm, dan C adalah konsentrasi dalam satuan M [29].

Spektra UV-Vis ZnPc dalam pelarut DMF menunjukkan adanya absorbansi pada panjang gelombang 681 nm akibat adanya transisi elektronik $\pi \rightarrow \pi^*$. Selain itu, pada panjang gelombang 353 juga terdapat absorpsi dari kompleks tersebut seperti pada **Gambar 2.4** [22].



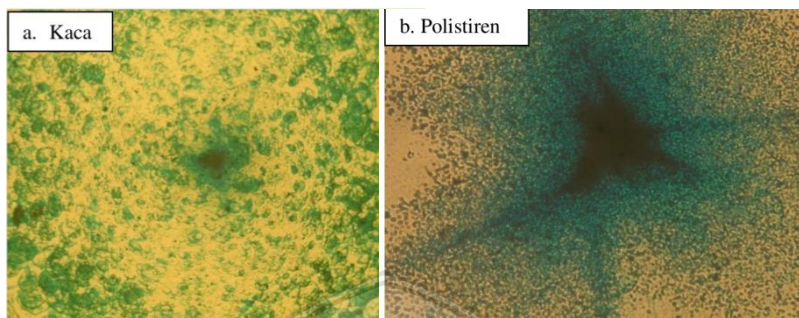
Gambar 2.4: Spektra UV-Vis ZnPc dalam pelarut DMF (Gambar diambil dari literatur [22]).

2.8 Karakterisasi Morfologi Permukaan Lapis Tipis Menggunakan Instrumen Mikroskop Optik dan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Mikroskop optik memiliki perbesaran hingga 1400 kali. Spesi yang diamati disinari oleh cahaya lampu yang dibiaskan oleh kondensor. Kemudian diteruskan oleh lensa objektif. Sinar yang diteruskan oleh lensa objektif akan ditangkap oleh lensa okuler dan diteruskan pada mata atau kamera [30].

Morfologi permukaan lapis tipis ZnPc dapat dikarakterisasi menggunakan mikroskop optik. Deposisi ZnPc pada substrat kaca dan polistiren menggunakan pelarut DMF dengan metode evaporasi menunjukkan hasil seperti pada **Gambar 2.5** Lapis tipis yang

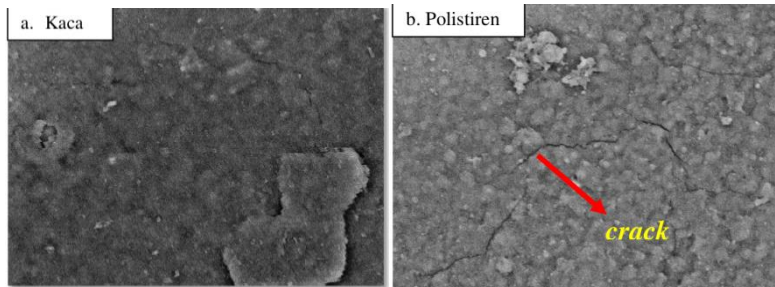
terbentuk pada substrat kaca berwarna biru dan terlihat lebih merata. Sedangkan pada substrat polistiren berwarna biru namun cenderung terpusat pada satu titik [13].



Gambar 2.5: Morfologi permukaan lapis tipis ZnPc pada substrat (a) kaca dan (b) polistiren menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 100 kali (Gambar diambil dari literatur [13]).

Karakterisasi morfologi permukaan lapis tipis yang selanjutnya menggunakan SEM. Pada SEM digunakan elektron sebagai sumber sinar. Sinar dipancarkan pada kondensor yang sebelumnya terdapat pengatur dari pancaran sinar elektron yang ditembakkan. Kemudian sinar tersebut diteruskan ke lensa objektif yang dapat diatut fokusnya. Sinar yang melewati lensa objektif kemudian diteruskan ke spesi yang diamati. Spesi ditempatkan miring pada pencekamnya. Spesi ini disinari oleh deteksi sinar-x yang menghasilkan gambar dan kemudian diteruskan ke layar monitor [30]. SEM dapat digunakan untuk mengamati suatu spesimen dengan perbesaran dari 15 hingga 30000 kali [31].

Morfologi permukaan lapis tipis ZnPc dapat dilihat seperti pada **Gambar 2.6**. Kondisi awal substrat kaca sebelum dideposisi memiliki permukaan yang halus. Berbeda dengan substrat polistiren yang memiliki rongga. Pengamatan menggunakan SEM menunjukkan adanya retakan pada lapis tipis menggunakan substrat polistiren. Hal ini disebabkan oleh adanya tegangan tarik yang terjadi ketika pemanasan substrat pada 200 °C sebelum substrat digunakan. Lapis tipis pada substrat kaca memiliki luas permukaan yang lebih besar dibandingkan dengan polistiren. Hal ini ditunjukkan oleh ukuran butir lapisan ZnPc yang lebih besar pada substrat kaca [13].



Gambar 2.6: Morfologi permukaan lapis tipis ZnPc pada substrat (a) kaca dan (b) polistiren menggunakan SEM dengan perbesaran 1800 kali (Gambar diambil dari literatur [13]).



BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilaksanakan selama bulan Maret hingga Mei 2018 bertempat di Laboratorium Kimia Anorganik dan UPT Instrumentasi Jurusan Kimia, Universitas Brawijaya. Karakterisasi morfologi permukaan lapis tipis ZnPc bertempat di Laboratorium Sentral Ilmu Hayati, Universitas Brawijaya dan Laboratorium Sentral dan Material Maju, Universitas Negeri Malang.

3.2 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu kaca arloji, *spatula*, oven, magnet pengaduk, botol vial 20 mL, pipet ukur 10 mL, bola hisap, gelas kimia 25 dan 200 mL, botol semprot 500 mL, sonikator *Krisbow*, cawan porselen, pemanas listrik, lemari asam, satu set alat refluks, termometer, neraca analitik *Ohaus*, mikropipet, spektrometer UV-Vis *Shimadzu*, pinset besi, mikroskop optik *Fluenikon*, dan *Scanning Electron Microscope (SEM) FEI tipe Inspect S50*.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu serbuk ZnPc 97% (*Sigma Aldrich*), larutan N,N-dimetilformamida 99,5% (*Merck*), larutan aseton 99,5% (*Merck*), padatan $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 99,5% (*Merck*), air suling, dan substrat kaca yang memiliki dua jenis permukaan, yaitu hidrofobik dan hidrofilik.

3.3 Tahapan Penelitian

1. Preparasi pelarut.
2. Preparasi variasi komposisi pelarut.
3. Uji kelarutan ZnPc menggunakan metode sonikasi.
4. Uji kelarutan ZnPc menggunakan metode refluks.
5. Analisis secara gravimetri dan spektrometri UV-Vis pada larutan yang diperoleh.
6. Pembuatan lapis tipis ZnPc dengan metode penetasan dan pencelupan.

7. Karakterisasi lapis tipis ZnPc menggunakan mikroskop optik dan SEM.
8. Uji ketahanan lapis tipis.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi Pelarut

Prosedur menghilangkan air hidrat mengikuti literatur [32]. $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 15 g dikeringkan pada suhu 100°C selama 4 jam. Kemudian ditambah dengan 5 g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan diaduk. Lalu dikeringkan kembali pada suhu 210°C selama 4 jam sehingga didapatkan MgSO_4 anhidrat. Prosedur diatas digunakan untuk menghindari terjadinya pelelehan.

DMF dan aseton masing-masing sebanyak 150 mL ditambah dengan MgSO_4 anhidrat berturut-turut, yaitu sebanyak 3 dan 2 g. Setelah itu dilakukan pengadukan selama satu jam menggunakan magnet pengaduk. Setelah itu didiamkan selama 30 menit agar gumpalan MgSO_4 yang telah mengikat air dalam pelarut dapat mengendap. Selanjutnya dilakukan penyaringan untuk mendapatkan pelarut yang bebas air. Perlakuan ini dilakukan setiap kali dibutuhkan pelarut.

3.4.2 Preparasi Variasi Komposisi Pelarut

Larutan DMF dan aseton diambil secara kuantitatif sesuai dengan volume pada **Tabel 3.1** Kemudian masing-masing larutan dimasukkan kedalam wadah untuk dilakukan uji kelarutan.

Tabel 3.1: Volume variasi komposisi pelarut (**k**=komposisi).

Pelarut	Variasi						
	k1	k2	k3	k4	k5	k6	k7
DMF/mL	10	8	6	5	4	2	0
Aseton/mL	0	2	4	5	6	8	10

3.4.3 Uji Kelarutan ZnPc menggunakan Metode Sonikasi

Pelarut yang telah disiapkan sesuai komposisi pada **Tabel 3.1** dimasukkan ke dalam 7 botol vial yang berbeda lalu ditutup. Sebanyak 0,05 g serbuk ZnPc dilarutkan kedalam masing-masing

pelarut tersebut. Setelah itu dilakukan sonikasi selama 45 menit. Kemudian larutan disaring untuk memisahkan larutan dengan ZnPc yang tidak larut. Selanjutnya dilakukan analisis secara gravimetri untuk mengetahui kelarutan ZnPc pada pelarut dengan satuan berat/volume. Banyaknya zat terlarut diambil secara kuantitatif sebanyak 2 mL dan dimasukkan kedalam cawan porselen yang telah diketahui beratnya. Kemudian dipanaskan diatas pemanas listrik di dalam lemari asam hingga pelarut menguap, lalu didinginkan di dalam desikator. Setelah itu ditimbang hingga berat cawan porselen konstan.

Sebanyak 50 μ L masing-masing komposisi larutan diambil untuk dilakukan analisis secara spektrometri UV-Vis untuk mengetahui panjang gelombang maksimum setiap komposisi pelarut. Kemudian sebanyak 4 mL pelarut dengan komposisi yang sama ditambahkan ke dalam 50 μ L larutan tersebut. Prosedur ini dilakukan agar larutan tidak terlalu pekat dan absorbansi dapat terukur.

3.4.4 Uji Kelarutan ZnPc menggunakan Metode Refluks

Seperangkat alat refluks dirangkai dan diberi termometer pada salah satu leher labu alas bulatnya. Pelarut yang telah disiapkan sesuai komposisi dimasukkan ke dalam botol vial yang telah berisi 0,05 g serbuk ZnPc. Lalu campuran tersebut dimasukkan ke dalam labu alas bulat dan ditutup. Setelah itu, dilakukan refluks hingga mencapai titik didih larutan campuran selama 45 menit. Setelah itu larutan didiamkan hingga mencapai suhu ruang kemudian disaring agar ZnPc yang tidak larut dapat terpisah dari larutan. Selanjutnya, analisis gravimetri dan spektrometri UV-Vis dilakukan seperti pada **sub-bab 3.4.3**. Analisis dilakukan pada larutan dengan suhu yang sama.

3.4.5 Pembuatan Lapis Tipis ZnPc dari Larutan dengan Komposisi yang Paling Baik dengan Penetasan dan Pencelupan

Larutan yang digunakan untuk deposisi adalah **k2** karena dari hasil percobaan pada sub bab sebelumnya variasi tersebut merupakan komposisi yang paling optimum. Pada metode penetasan, larutan ditetaskan di atas substrat kaca dengan ukuran 1x1 cm yang

memiliki dua jenis permukaan, yaitu sekitar 0,5 cm hidrofilik dan 0,5 cm hidrofobik. Kemudian dipanaskan pada suhu 60 °C selama 45 menit lalu suhu dinaikkan menjadi 150 °C selama 45 menit. Selanjutnya dilakukan penganihan selama 1,5 jam pada suhu 200 °C.

Pada metode pencelupan dilakukan dengan mengambil sebanyak 8 mL larutan dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 25 mL. Kemudian substrat kaca dimasukkan ke dalam larutan tersebut. Pelarut diuapkan pada suhu awal 60 °C selama 45 menit kemudian suhu dinaikkan menjadi 150 °C hingga pelarut tersisa sekitar 4 mL. Selanjutnya, kaca diangkat dan dilakukan penganihan selama 1,5 jam pada suhu 200 °C.

3.4.6 Karakterisasi Lapis tipis ZnPc

Lapis tipis yang telah diperoleh dikarakterisasi menggunakan mikroskop optik untuk melihat morfologi permukaannya secara umum. Karakterisasi selanjutnya digunakan SEM untuk melihat morfologi permukaan dan ukuran kristal dengan perbesaran dan fokus yang lebih baik.

3.4.7 Uji Ketahanan Lapis Tipis

Lapis tipis yang memiliki morfologi permukaan lebih baik diuji ketahanannya secara fisik menggunakan sonikator. Kaca dengan lapis tipis dimasukkan ke dalam botol vial kemudian ditutup rapat. Setelah itu dimasukkan ke dalam sonikator yang telah berisi air. Sonikasi dilakukan selama 30 menit dengan mengganti air di dalam sonikator setiap 8 menit. Setelah dilakukan uji ketahanan, lapis tipis juga diamati morfologi permukaannya menggunakan mikroskop optik.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Pelarut

DMF dan aseton merupakan pelarut yang mengandung air. Adanya air dalam larutan ZnPc dapat menyebabkan terbentuknya agregat di dalam larutan tersebut. Sehingga kedua pelarut tersebut harus dihilangkan kandungan airnya dengan suatu bahan penyerap air. Berdasarkan [21], MgSO_4 anhidrat memiliki kemampuan menyerap air lebih cepat dibandingkan dengan Na_2SO_4 . Bahan penyerap air lainnya, yaitu padatan CaH_2 dapat membuat DMF terdekomposisi jika dibiarkan selama beberapa jam didalamnya. Sehingga pada penelitian ini digunakan MgSO_4 anhidrat sebagai bahan penyerap air pada pelarut yang digunakan.

DMF dan aseton masing-masing sebanyak 150 mL ditambah dengan MgSO_4 anhidrat berturut-turut, yaitu 3 dan 2 g. Setelah itu dilakukan pengadukan selama satu jam menggunakan magnet pengaduk. Pengadukan dilakukan di dalam wadah yang tertutup agar tidak ada air dari udara bebas yang diserap oleh pelarut. Setelah itu campuran didiamkan selama 30 menit agar gumpalan MgSO_4 yang telah mengikat air dapat mengendap dan dapat dipisahkan melalui penyaringan menggunakan kertas saring. Cairan yang diperoleh adalah pelarut yang bebas dari air dan disimpan dalam wadah tertutup serta diberi label.

4.2 Uji Kelarutan ZnPc Menggunakan Metode Sonikasi

ZnPc yang digunakan untuk uji kelarutan metode sonikasi ditimbang sebanyak 7 kali sesuai pada **Tabel 4.1**. Kemudian masing-masing dilarutkan dalam campuran pelarut dengan komposisi sesuai pada **Tabel 3.1**. Selanjutnya dilakukan sonikasi selama 45 menit sehingga didapatkan larutan yang homogen. Kemudian larutan yang diperoleh disaring untuk memisahkan larutan dengan serbuk ZnPc yang tidak terlarut. Pada metode sonikasi, air di dalam sonikator harus diganti secara teratur agar suhu air tidak meningkat karena meskipun botol vial wadah larutan ditutup, sesekali tutup dapat terlepas dan ada kemungkinan pelarut menghilang.

Tabel 4.1: Massa ZnPc untuk setiap variasi komposisi pelarut metode sonikasi (**k**=komposisi)

	Variasi						
	k1	k2	k3	k4	k5	k6	k7
ZnPc/g	0,0504	0,0502	0,0506	0,0504	0,0505	0,0503	0,0502

Larutan ZnPc hasil pelarutan metode sonikasi memiliki warna biru kehijauan. Variasi **k2** memiliki warna yang paling pekat dan semakin terang untuk variasi **k1**, **k3**, **k4**, **k5**, **k6**, dan **k7**. Namun pada pengamatan secara langsung kurang dapat diketahui perbedaan warna pada setiap variasi. Hasil pelarutan masing-masing variasi dapat dilihat pada **Gambar 4.1**.



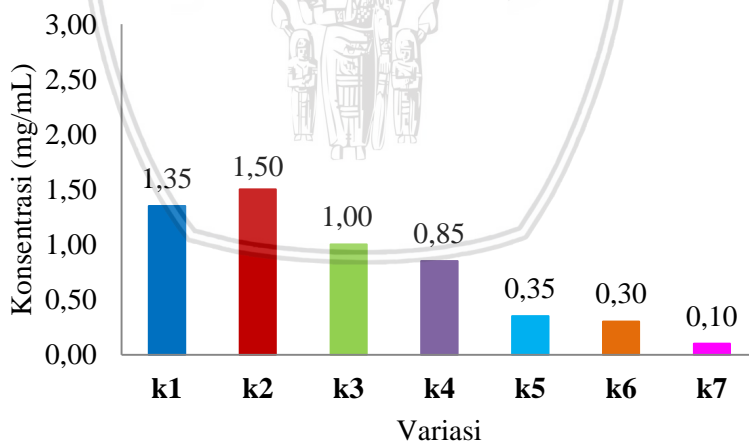
Gambar 4.1: Larutan ZnPc hasil pelarutan metode sonikasi.

Larutan yang diperoleh dianalisis secara gravimetri untuk mengetahui kelarutan ZnPc dalam larutan. Analisis dilakukan dengan cara mengambil secara kuantitatif sebanyak 2 mL larutan pada setiap variasi komposisi. Kemudian dimasukkan kedalam cawan porselen yang telah diketahui beratnya. Kemudian dipanaskan diatas pemanas listrik pada suhu 200 °C hingga pelarut menguap dan didapatkan berat yang konstan. Sebelum dilakukan penimbangan, cawan porselen dimasukkan kedalam desikator agar tidak ada uap air dari udara bebas yang diserap oleh cawan porselen yang panas. Endapan hasil gravimetri memiliki warna biru kehijauan seperti warna larutan awal. Pada analisis gravimetri didapatkan massa yang konstan setelah tiga kali penimbangan. Hasil seluruh penimbangan ditunjukkan oleh **Tabel 4.2**.

Tabel 4.2 Massa hasil penimbangan gravimetri larutan ZnPc hasil pelarutan metode sonikasi

	k1	k2	k3	k4	k5	k6	k7
Cawan/g							
I	13,5578	13,4834	13,2422	14,1247	13,4283	14,1080	9,8126
II	13,5576	13,4834	13,2422	14,1244	13,4281	14,1080	9,8124
III	13,5576	13,4834	13,2422	14,1244	13,4281	14,1080	9,8124
(Cawan+ ZnPc)/g							
I	13,5605	13,4865	13,2447	14,1265	13,4296	14,1091	9,8132
II	13,5603	13,4864	13,2442	14,1263	13,4290	14,1086	9,8128
III	13,5603	13,4864	13,2442	14,1261	13,4288	14,1086	9,8126
ZnPc/g	0,0027	0,0030	0,0020	0,0017	0,0007	0,0006	0,0002

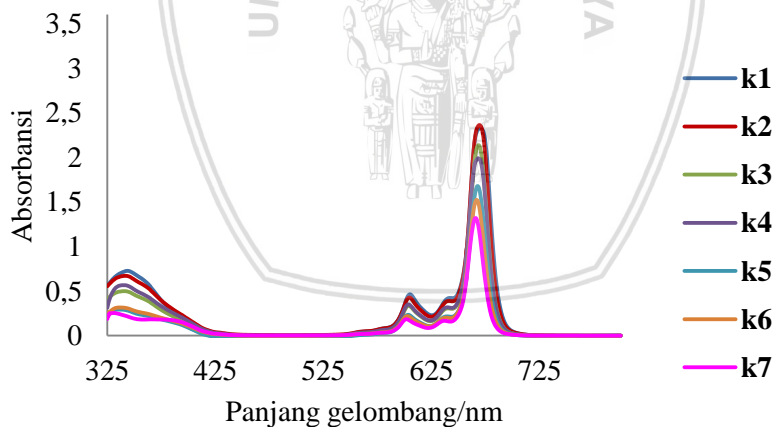
Hasil analisis gravimetri untuk setiap variasi komposisi ditunjukkan pada **Gambar 4.2** Larutan **k2**, yang terdiri dari 8 mL DMF dan 2 mL aseton, diketahui dapat melarutkan ZnPc dengan baik, yaitu sebanyak 1,50 mg/mL. Larutan **k1**, yang terdiri dari DMF murni, dapat digunakan sebagai alternatif untuk melarutkan ZnPc karena berdasarkan analisis gravimetri tersebut, **k1** mampu melarutkan ZnPc sebanyak 1,35 mg/mL. Perhitungan pengubahan massa ZnPc menjadi konsentrasi dapat dilihat pada (Lampiran B.1).



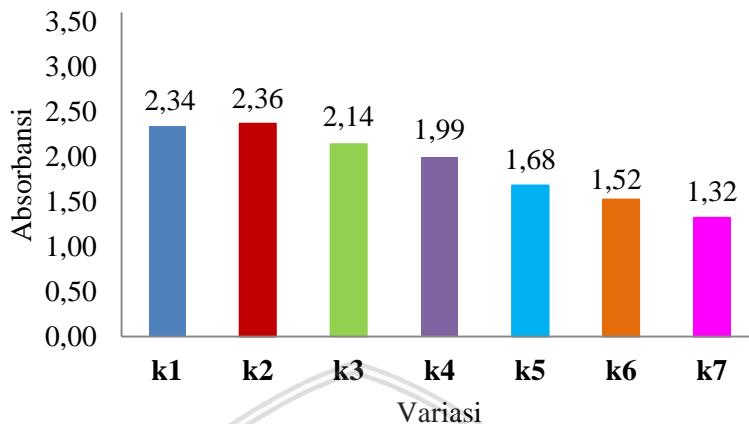
Gambar 4.2: Grafik konsentrasi ZnPc dalam variasi komposisi pelarut menggunakan metode sonikasi. Simbol **k1-k7** diambil dari **Tabel 3.1**.

Berdasarkan satu literatur, DMF dapat melarutkan ZnPc sebanyak 6,57 mg dalam 100 mL pelarut atau setara dengan 0,06 mg/mL [5]. Sedangkan dalam literatur lain, DMF dan aseton dapat melarutkan ZnPc sebanyak 3,67 dan 5 mg dalam 100 mL pelarut atau setara dengan 0,03 dan 0,05 mg/mL [9]. Komposisi pelarut yang dibuat ternyata dapat meningkatkan kelarutan ZnPc dan didapatkan nilai konstanta dielektrik yang baru. Jika dilihat dari nilai konstanta dielektriknya, DMF lebih polar dibandingkan dengan aseton. Dalam **k2**, konstanta dielektrik rata-rata komposisi tersebut yaitu 33,5. Konstanta dielektrik rata-rata dihitung berdasarkan literatur [33].

Hasil analisis secara spektrometri UV-Vis ditunjukkan oleh **Gambar 4.3**. Tampak bahwa terdapat dua puncak yang muncul, yaitu pada panjang gelombang 692-583 dan 412-325 nm. Absorbansi pada daerah sinar tampak terjadi karena adanya transisi elektronik $\pi \rightarrow \pi^*$. Absorbansi maksimum setiap variasi komposisi pada daerah sinar tampak berbanding lurus dengan kelarutan ZnPc, sesuai dengan hasil analisis secara gravimetri. Absorbansi maksimum untuk setiap komposisi ditunjukkan oleh **Gambar 4.4**.



Gambar 4.3: Spektra UV-Vis larutan ZnPc dalam variasi komposisi pelarut metode sonikasi. Simbol **k1-k7** diambil dari **Tabel 3.1**.



Gambar 4.4: Absorbansi maksimum larutan ZnPc dalam variasi komposisi pelarut metode sonikasi. Simbol **k1-k7** diambil dari **Tabel 3.1**.

4.3 Uji Kelarutan ZnPc Menggunakan Metode Refluks

Uji kelarutan ZnPc menggunakan metode refluks dilakukan dengan merangkai set alat refluks. Kemudian ZnPc ditimbang sebanyak 7 kali sesuai pada **Tabel 4.3** dan dimasukkan kedalam botol vial. Kemudian disiapkan pelarut **k1** sesuai pada **Tabel 3.1** dan dimasukkan kedalam botol vial yang berbeda. Selanjutnya pelarut **k1** dituangkan secara bertahap kedalam botol vial yang telah berisi serbuk ZnPc lalu dituangkan kedalam labu leher tiga yang telah dipasang termometer. Kemudian pompa air peninggi yang masuk ke dalam kondensor dinyalakan dan refluks dilakukan selama 45 menit. Setelah refluks selesai, larutan didiamkan hingga mencapai suhu ruang. Kemudian larutan disaring agar ZnPc yang tidak larut dapat terpisahkan. Kemudian hal yang sama dilakukan untuk variasi **k2** hingga **k7**.

Tabel 4.3: Massa ZnPc untuk setiap variasi komposisi pelarut metode refluks (**k**=komposisi)

	Variasi						
	k1	k2	k3	k4	k5	k6	k7
ZnPc/g	0,0502	0,0502	0,0502	0,0502	0,0503	0,0502	0,0502

Larutan ZnPc hasil pelarutan metode refluks dapat dilihat pada **Gambar 4.5**. Pada gambar tersebut dapat dilihat perbedaan warna larutan pada masing-masing variasi komposisi. Secara umum, larutan berwarna biru kehijauan. Namun pada komposisi **k5** sampai **k7** larutan cenderung lebih hijau dibandingkan dengan variasi komposisi yang lain. Banyaknya larutan pada gambar terlihat berbeda karena sebagian larutan telah digunakan untuk analisis gravimetri dan spektrometri UV-Vis.



Gambar 4.5: Larutan ZnPc hasil pelarutan metode refluks. Simbol VR yang tertulis pada botol=**k**.

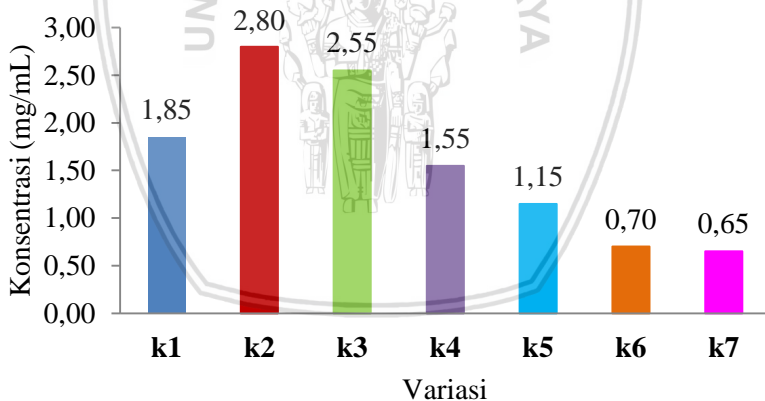
Analisis secara gravimetri dilakukan seperti pada **sub-bab 4.2**. Metode refluks dapat melarutkan ZnPc lebih baik dibandingkan dengan metode sonikasi. Pada metode refluks, pelarutan dilakukan hingga mencapai titik didihnya. Sedangkan pada metode sonikasi, suhu pada proses pelarutan tidak dapat dikontrol. Selain itu, pada metode refluks, pelarut yang menguap akan didinginkan oleh kondensor dan turun kembali ke labu alas bulat. Sehingga tidak ada pelarut yang hilang selama proses pelarutan.

Hasil penimbangan massa konstan analisis gravimetri pada larutan ZnPc hasil metode refluks ditunjukkan pada **Tabel 4.4**. Warna endapan ZnPc hasil analisis gravimetri cenderung sedikit lebih gelap dibandingkan dengan warna larutan awal. Hasil analisis secara gravimetri ditunjukkan pada **Gambar 4.6**. Perhitungan pengubahan massa ZnPc menjadi konsentrasi dapat dilihat pada (Lampiran B.2). Pada **Gambar 4.6** tampak bahwa **k2** dapat melarutkan 2,80 mg/mL dengan konstanta dielektrik 33,5 dengan perhitungan yang sama dengan sebelumnya. Pada metode sonikasi, **k1** memiliki kelarutan yang lebih tinggi dibandingkan dengan **k3**.

Namun pada metode refluks, **k3** memiliki kelarutan yang lebih tinggi. Hal tersebut dimungkinkan terjadi karena pada proses refluks **k1**, suhu refluks hanya mencapai 115 °C. Sedangkan pada komposisi yang lain, suhu refluks dapat mencapai suhu titik didihnya.

Tabel 4.4: Massa hasil penimbangan gravimetri larutan ZnPc hasil pelarutan metode refluks

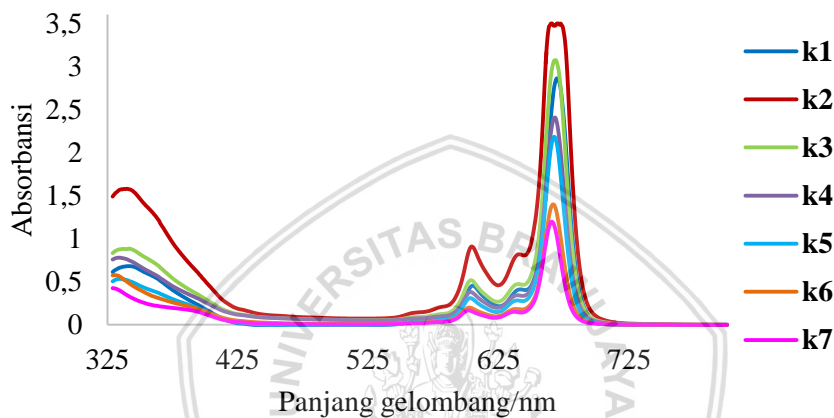
	k1	k2	k3	k4	k5	k6	k7
Cawan/g							
I	14,1241	9,8117	14,1071	19,4944	13,9535	14,1245	13,4271
II	14,1241	9,8117	14,1071	19,4942	13,9534	14,1245	13,4271
III	14,1240	9,8116	14,1069	19,4940	13,9532	14,1244	13,4269
(Cawan+ ZnPc)/g							
I	14,1279	9,8179	14,1122	19,4974	13,9558	14,1264	13,4293
II	14,1278	9,8176	14,1114	19,4971	13,9555	14,1259	13,4284
III	14,1277	9,8173	14,1112	19,4971	13,9555	14,1258	13,4282
IV		9,8172					
V		9,8172					
ZnPc/g	0,0037	0,0056	0,0051	0,0031	0,0023	0,0014	0,0013



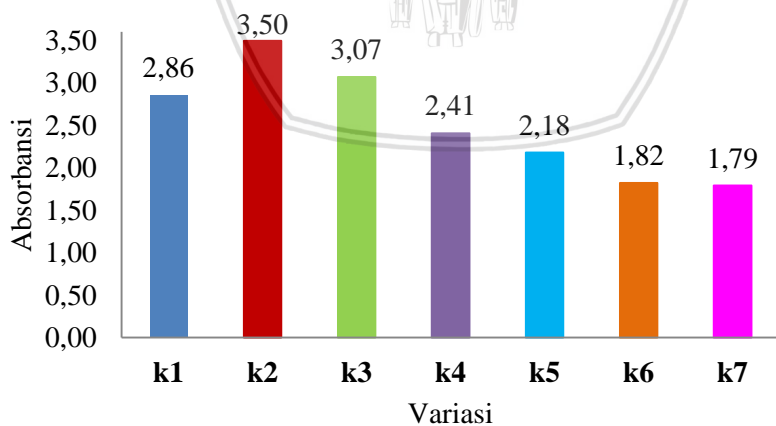
Gambar 4.6: Grafik konsentrasi ZnPc dalam variasi komposisi pelarut menggunakan metode refluks. Simbol **k1-k7** diambil dari **Tabel 3.1**.

Analisis secara spektrometri UV-Vis menunjukkan nilai absorbansi maksimum yang berbanding lurus dengan hasil analisis gravimetri. Spektra UV-Vis larutan ZnPc pelarutan metode refluks pada **Gambar 4.7** menunjukkan spektra yang sedikit tumpul pada

k1. Hal tersebut dimungkinkan terjadi karena larutan masih terlalu pekat ketika diukur absorbansinya. Absorbansi maksimum metode refluks berada pada panjang gelombang yang sama seperti pada metode sonikasi. Absorbansi maksimum larutan ZnPc setiap variasi komposisi menggunakan metode refluks ditunjukkan pada **Gambar 4.8**.



Gambar 4.7: Spektra UV-Vis ZnPc dalam variasi komposisi pelarut menggunakan metode refluks. Simbol **k1-k7** diambil dari **Tabel 3.1**.



Gambar 4.8: Absorbansi maksimum setiap variasi komposisi pelarut metode refluks. Simbol **k1-k7** diambil dari **Tabel 3.1**.

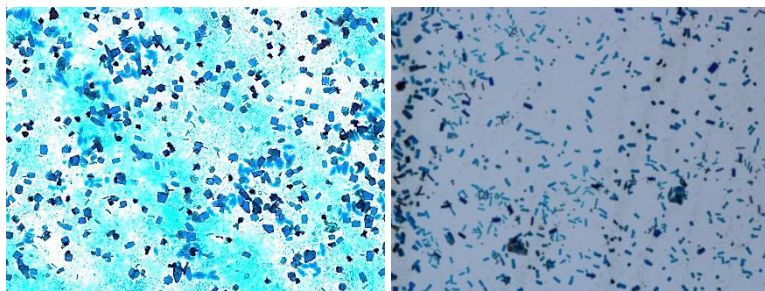
4.4 Pembuatan Lapis Tipis menggunakan Metode Penetesan dan Pencelupan

Komposisi pelarut **k2** yang memiliki kelarutan paling tinggi pada masing-masing metode pelarutan digunakan sebagai sumber deposisi. Pembuatan lapis tipis metode penetesan dilakukan dengan meneteskan larutan yang telah dibuat secara perlahan diatas substrat kaca yang telah disiapkan. Kemudian pelarut diuapkan diatas pemanas listrik dengan suhu dinaikkan secara bertahap dari 60, 100, dan 150 °C setiap 45 menit dan dilakukan pemanasan pada suhu 200°C selama 1,5 jam. Lapis tipis yang diperoleh ditunjukkan pada **Gambar 4.9**. Pengamatan morfologi permukaan lapis tipis secara langsung dapat dilihat bahwa lapis tipis cenderung tebal pada bagian tepi substrat.



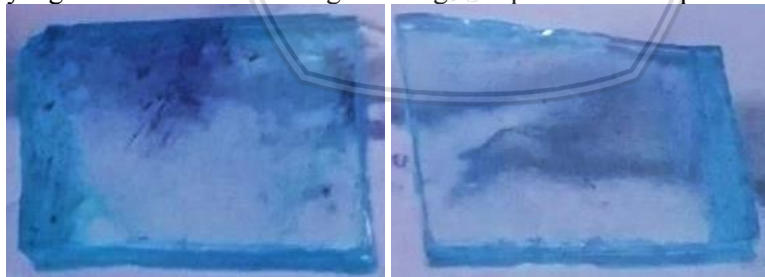
Gambar 4.9: Lapis tipis hasil deposisi metode penetesan menggunakan sumber deposisi larutan **k2** pelarutan metode sonikasi (kiri) dan refluks (kanan)

Lapis tipis dilihat morfologi permukaannya menggunakan mikroskop optik seperti pada **Gambar 4.10**. Pada metode penetesan tidak dapat diketahui perbedaan persebaran ZnPc pada sisi hidrofobik ataupun hidrofilik. Pengamatan menggunakan mikroskop optik menunjukkan bahwa partikel ZnPc lebih menyebar ke tepi substrat. Hal tersebut dapat terjadi karena ketika melakukan deposisi, penetesan dilakukan di tengah substrat sehingga larutan cenderung menyebar ke tepinya.



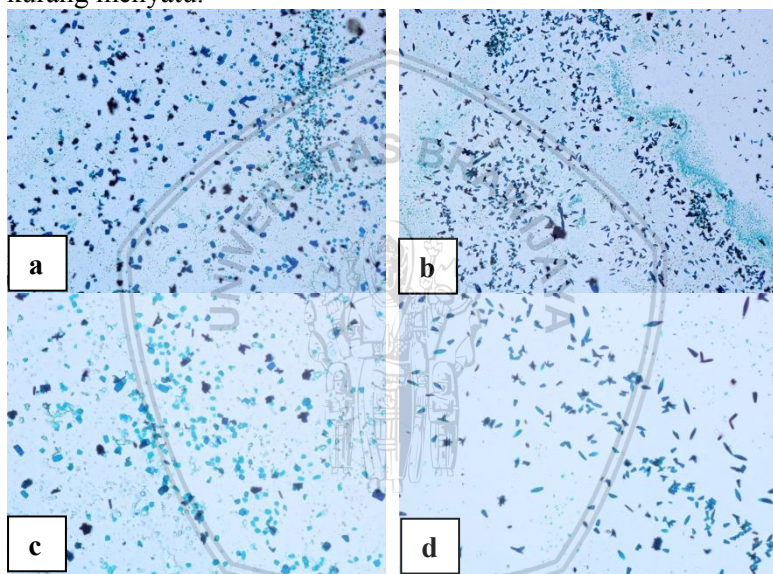
Gambar 4.10: Morfologi permukaan lapis tipis metode penetasan yang diamati menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 200 kali pelarutan metode sonikasi (kiri) dan refluks (kanan)

Deposisi metode pencelupan dilakukan dengan mengambil larutan **k2** sebanyak 8 mL dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 25 mL yang telah diletakkan di atas pemanas listrik. Kemudian substrat kaca dengan ukuran 1x1 cm dimasukkan ke dalam larutan tersebut. Pelarut diuapkan hingga volume larutan menjadi ± 4 mL. Setelah itu, kaca diangkat menggunakan pinset besi dan dikeringkan di atas pemanas listrik dengan suhu yang dinaikkan secara bertahap dari 60, 100, dan 150 °C setiap 45 menit dan dilakukan penganiilan pada suhu 200 °C selama 1,5 jam. Sehingga diperoleh lapis tipis ZnPc seperti pada **Gambar 4.11**. lapis tipis diamati secara langsung dan dapat dilihat bahwa pada deposisi metode pencelupan didapatkan lapis tipis yang lebih merata dibandingkan dengan deposisi metode penetasan.



Gambar 4.11: Lapis tipis hasil deposisi metode pencelupan menggunakan sumber deposisi larutan **k2** pelarutan metode sonikasi (kiri) dan refluks (kanan)

Lapis tipis yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan mikroskop optik dan SEM untuk melihat ukuran dan persebaran partikel ZnPc. Hasil lapis tipis menggunakan kaca yang memiliki dua sisi dengan metode pencelupan menunjukkan persebaran yang cukup merata seperti pada **Gambar 4.12**. Terdapat bagian yang cenderung lebih renggang yang diduga merupakan lapisan ZnPc yang menempel pada sisi hidrofilik dan bagian yang lebih rapat yang diduga merupakan lapisan ZnPc yang menempel pada sisi hidrofobik. Namun, antar partikelnya terlihat agak renggang dan kurang menyatu.



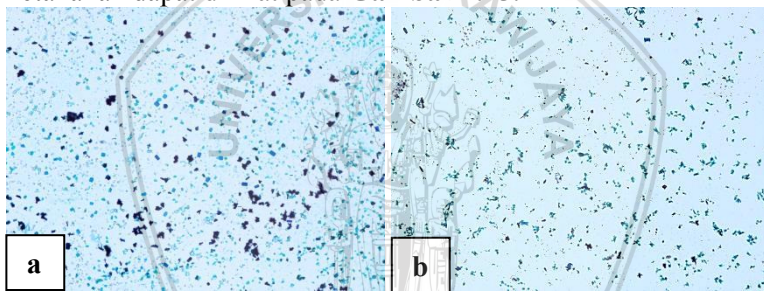
Gambar 4.12: Morfologi permukaan lapis tipis yang diamati menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 200 kali (a) sonikasi (b) refluks dan perbesaran 400 kali (c) sonikasi (d) refluks

Ukuran kristal ZnPc lebih kecil pada hasil pelarutan menggunakan metode refluks seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 4.13**. Selain itu terdapat perbedaan bentuk kristal pada pelarutan metode refluks dan sonikasi. Pada metode refluks, bentuk kristal cenderung panjang dan memiliki ruang. Sedangkan pada metode sonikasi cenderung berbentuk segi enam pipih namun memiliki ketebalan yang lebih besar.

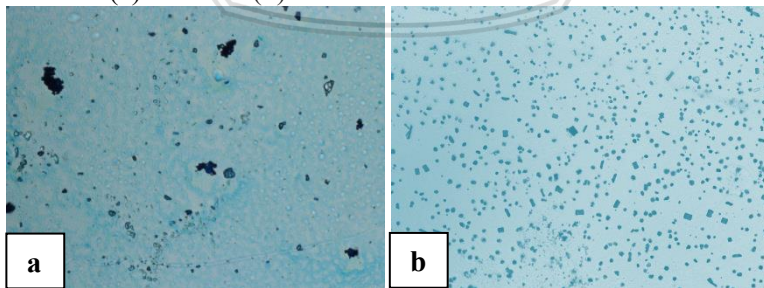


4.5 Uji Ketahanan Lapis Tipis

Lapis tipis dengan morfologi permukaan yang lebih baik diuji ketahanannya secara fisik menggunakan gelombang ultrasonik dari sonikator. Substrat kaca dengan lapis tipis dimasukkan ke dalam botol vial 20 mL kemudian ditutup dan sonikasi dilakukan selama 30 menit. Selanjutnya diamati morfologi permukaannya menggunakan mikroskop optik. Sebelum dilakukan uji ketahanan, kristal tersebar merata pada substrat seperti ditunjukkan pada **Gambar 4.14**. Namun setelah dilakukan uji ketahanan, didapatkan kristal ZnPc yang sedikit rusak dan kristal pada tepian lapis tipis terlepas dari substrat. Hal tersebut dimungkinkan karena antara kristal dan substrat tidak terdapat ikatan yang kuat dan kristal hanya sekedar menempel pada substrat. Sehingga kristal dapat terlepas dengan adanya gelombang ultrasonik tersebut. Morfologi permukaan lapis tipis setelah uji ketahanan dapat dilihat pada **Gambar 4.15**.



Gambar 4.14: Morfologi permukaan lapis tipis sebelum uji ketahanan yang diamati dengan mikroskop optik dengan perbesaran 200 kali (a) sonikasi (b) refluks.



Gambar 4.15: Morfologi permukaan lapis tipis setelah uji ketahanan yang diamati menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 200 kali (a) sonikasi (b) refluks.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Komposisi pelarut **k2** yang terdiri dari 8 mL DMF dan 2 mL aseton merupakan komposisi optimum yang dapat meningkatkan kelarutan ZnPc.
2. Hasil pelarutan metode refluks lebih baik dalam melarutkan ZnPc. Pelarutan metode sonikasi menghasilkan bentuk kristal yang berbeda dengan hasil pelarutan metode refluks. Pelarutan metode refluks memiliki ukuran kristal yang lebih kecil dibandingkan dengan hasil pelarutan metode sonikasi.
3. Morfologi permukaan lapis tipis yang dihasilkan dari deposisi menggunakan metode pencelupan lebih merata dan dapat diketahui batas antara sisi hidrofilik dan hidrofobik substrat yang digunakan.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan didapatkan hasil lapis tipis yang kurang merata. Sehingga pada penelitian selanjutnya disarankan untuk lebih mempertimbangkan metode deposisi yang akan digunakan.

DAFTAR PUSTAKA

1. Camelia, A., (2011), **Sick Building Syndrome Dan Indoor Air Quality**, *Jurnal Ilmu Kesehatan Masyarakat*, 2(2), 79–84.
2. Lee, S. C., Lam, S., dan Fai, H. K., (2001), **Characterization of VOCs, Ozone, and PM10 Emissions from Office Equipment in an Environmental Chamber**, *Building and Environment*, 36, 837–842.
3. World Health Organization, (2006), *Air Quality Guidelines: Global Update 2005: Particulate Matter, Ozone, Nitrogen Dioxide, and Sulfur Dioxide*, World Health Organization, Copenhagen, Denmark.
4. Louis, J. S., Lehmann, D., Friedrich, M., dan Zahn, D. R. T., (2007), **Study of Dependence of Molecular Orientation and Optical Properties of Zinc Phthalocyanine Grown Under Two Different Pressure Conditions**, *Journal of Applied Physics*, 101, doi:10.1063/1.2403845.
5. Abstracts: 8th EBSA European Biophysics Congress, August 23rd–27th 2011, Budapest, Hungary, (2011), *European Biophysics Journal*, 40(S1), 35–241, doi:10.1007/s00249-011-0734-z.
6. Urizzi, P., Allen, C. M., Langlois, R., Ouellet, R., La Madeleine, C., dan Van Lier, J. E., (2001), **Low-Density Lipoprotein-Bound Aluminum Sulfophthalocyanine: Targeting Tumor Cells for Photodynamic Therapy**, *Journal of Porphyrins and Phthalocyanines*, 5(2), 154–160.

7. Novitasari, A., Masruroh, M., dan Tjahjanto, R. T., (2015), **Pengaruh Ketebalan Terhadap Nilai Resistansi Lapisan Tipis Seng Sulfoftalosianin (ZnPcSn) sebagai Prototipe Detektor Ozon**, *Natural B*, 3(2), 124–129.
8. Robi'ah A.M., N. R., Novitasari, A., Tjahjanto, R. T., dan Masruroh, M., (2015), **Studi Pengaruh Jarak Antar-Elektroda terhadap Resistansi Lapisan Tipis Seng Ftalosianin (ZnPc) dengan Paparan Ozon**, *Natural B*, 3(2), 130–134.
9. Ratnawati, D. G., (2014), **Studi Pembuatan Lapis Tipis Zinc Sulphophthalocyanine (ZnPcSn) dan Pengujian Sifat Listriknya dengan Paparan Ozon**, *Tesis*, Fakultas Matematikda dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang.
10. Dumoulin, F., Durmuş, M., Ahsen, V., dan Nyokong, T., (2010), **Synthetic Pathways to Water-Soluble Phthalocyanines and Close Analogs**, *Coordination Chemistry Reviews*, 254(23–24), 2792–2847, doi:10.1016/j.ccr.2010.05.002.
11. Kalantar-zadeh, K., dan Fry, B., (2008), *Nanotechnology-Enabled Sensors*, Springer US.
12. Starke, T. K. H., dan Coles, G. S. V., (2002), **High Sensitivity Ozone Sensors for Environmental Monitoring Produced Using Laser Ablated Nanocrystalline Metal Oxides**, *IEEE Sensors Journal*, 2(1), 14–19.
13. Wulansari, I. H., Sutantri, R. E., H Santjojo, D., dan Masruroh, M., (2014), **Studi Penumbuhan Lapisan Zinc Phthalocyanine (ZnPc) Di Atas Substrat Kaca Dan Substrat Polistiren Dengan Metode Evaporasi**, *Brawijaya Physics Student Journal*, 2(1).

14. Nunes, S. M. T., Sguilla, F. S., dan Tedesco, A. C., (2004), **Photophysical Studies of Zinc Phthalocyanine and Chloroaluminum Phthalocyanine Incorporated Into Liposomes in the Presence of Additives**. *Brazilian Journal of Medical and Biological Research*, 37(2), 273–284.
15. Sizun, T., Bouvet, M., Chen, Y., Suisse, J.-M., Barochi, G., dan Rossignol, J., (2011), **Differential Study of Substituted and Unsubstituted Cobalt Phthalocyanines for Gas Sensor Applications**. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 159(1), 163–170, doi:10.1016/j.snb.2011.06.067.
16. Ndiaye, A. L., Pauly, A., Delile, S., Brunet, J., Varenne, C., dan Kumar, A., (2015), **Electrodes Modification Based on Metal-Free Phthalocyanine: Example of Electrochemical Sensors for the Detection of Acetic Acid**, *Journal of Sensors*, 2015, 1–7, doi:10.1155/2015/290598.
17. An, M.-S., Kim, S.-W., dan Hong, J. D., (2010), **Synthesis and Characterization of Peripherally Ferrocene-modified Zinc Phthalocyanine for Dye-sensitized Solar Cell**, *Bulletin of the Korean Chemical Society*, 31(11), 3272–3278, doi:10.5012/bkcs.2010.31.11.3272.
18. Ratnawati, D. G., Masruroh, M., dan Tjahjanto, R. T., (2014), **Study of Suspension Concentration Effect to The Electrical Resistance of Zinc Sulphophthalocyanine (ZnPcSn) Thin Film as Prototype of Ozone Detector**. *The Journal of Pure and Applied Chemistry Research*, 3(2), 70–75.
19. Smith, R. D., (2013), **Material Safety Data Sheet N,N-Dimethylformamide**, www.Sciencelab.com, Diakses pada Februari 2018.

20. und Reaktorsicherheit, N., Schlottmann, U., dan Chemicals, O. H., (2001), *SIDS Initial Assessment Report*, UNEP Publications, Switzerland.
21. Armarego, W. L. F., (2017), *Purification of Laboratory Chemicals* (8th ed.), Butterworth-Heinemann.
22. Bayraktaroglu, E., dan Deveci, P., (2017), **Piperazin Türevi İçeren Yeni Çinko (II) ve Kobalt (II) Ftalosiyenin Sentezi, Spektroskopik ve Elektrokimyasal Özelliklerinin İncelenmesi.** *Selçuk Üniversitesi Fen Fakültesi Fen Dergisi Selcuk University Journal of Science Faculty*, 41.
23. Hernandez, O., (1999), *SIDS Initial Assessment Report (SIAR) for the 9th SIAM*, UNEP Publications, Paris.
24. Leonard, K., Kurawaki, J., Hayakawa, K., Thein Tun, M., dan Kusumoto, Y., (2009), **Preparation and Characterization of Copper(II) Tetrasulfonated Phthalocyanine Nanoparticles Formed by Laser Ablation in Poor Solvents.** *Colloid and Polymer Science*, 287(7), 773–778, doi:10.1007/s00396-009-2025-0.
25. Delmifiana, B., (2013), **Pengaruh Sonikasi Terhadap Struktur Dan Morfologi Nanopartikel Magnetik Yang Disintesis Dengan Metode Kopresipitasi,** *Jurnal Fisika Unand*, 2(3).
26. Yurleni, (2018), **Penggunaan Beberapa Metode Ekstraksi Pada Rimpang Curcuma Untuk Memperoleh Komponen Aktif Secara Kualitatif,** *Biospecies*, 11(1).

27. Reddy, S. H., (2015), **Fabrication and Characterization of Dye Sensitized Solar Cells Using Conducting Polymer as Counter Electrode**, *Indian Institute Of Science Education and Research, Thiruvananthapuram*, doi:10.13140/RG.2.1.3673.2240.
28. Oktasendra, F., Pakpahan, S., Napitupulu, S., Samsidar, Nurhidayah, dan farid, F., (2016), **Pengembangan Prototipe Sel Surya DSSC (Dye Sensitized Soalr Cell) Lapisan TiO₂/Grafit menggunakan Campuran PCBM:PHT**, 2(1), 11–16.
29. Harvey, D., (2000), *Modern Analytical Chemistry* (2nd ed.), McGraw-Hill Companies, USA.
30. Respati, S. M. B., (2008), **Macam-macam Mikroskop dan Cara Penggunaan**, *Momentum*, 4(2).
31. *Tabletop Microscope TM3000*, (2011), Tokyo: Hitachi High-Technologies Corporation, Retrieved from <http://hitachi-hitec.com/global/em/>, Diakses pada 2 Februari 2018.
32. Richards, L. D., (1940), **Process for Drying Magnesium Sulphate**, United States Patent Office, 2218551.
33. Yulianthi, N. N. S., Suhendra, L., dan Wrsiati, L. P., (2017), **Pengaruh Perbandingan Jenis Pelarut terhadap Kandungan Senyawa Total Fenol, α -Tokoferol, dan Total Karotenoid Ekstrak Sargassum polycystum**, *Jurnal Rekayasa dan Manajemen Agroindustri*, 5(4).